

PCT/JP03/14533

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

14.11.03

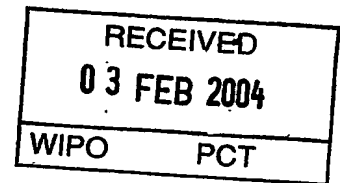
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application: 2002年11月14日

出 願 番 号
Application Number: 特願2002-331177
[ST. 10/C]: [JP2002-331177]

出 願 人
Applicant(s): 宇部興産株式会社

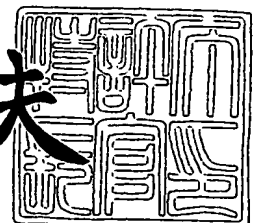


PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2004年 1月15日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



BEST AVAILABLE COPY

【書類名】 特許願

【整理番号】 XX100405P0

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 A61K 7/00
C09K 3/14

【発明者】

【住所又は居所】 千葉県市原市五井南海岸 8 番の 1
宇部興産株式会社 高分子研究所内

【氏名】 浅野 之彦

【発明者】

【住所又は居所】 千葉県市原市五井南海岸 8 番の 1
宇部興産株式会社 高分子研究所内

【氏名】 中山 喜美男

【発明者】

【住所又は居所】 千葉県市原市五井南海岸 8 番の 1
宇部興産株式会社 高分子研究所内

【氏名】 八尾 滋

【特許出願人】

【識別番号】 000000206

【氏名又は名称】 宇部興産株式会社

【代表者】 常見 和正

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 012254

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 化粧料

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

下記(1)～(3)の特性を有する多孔質ポリアミド粒子を含有することを特徴とする化粧料。

- (1) 数平均粒子径 $1 \sim 30 \mu\text{m}$ の範囲。
- (2) BET 比表面積 $5000 \text{ m}^2 / \text{kg}$ 以上。
- (3) 平均細孔径が $0.2 \mu\text{m}$ 以下。

【請求項 2】

多孔質ポリアミド粒子を $0.01 \sim 60$ 重量% 含有することを特徴とする請求項 1 に記載の化粧料。

【請求項 3】

下記(1)～(3)の特性を有する多孔質ポリアミド粒子 $1 \sim 60$ 重量%、油性媒体 $3 \sim 10$ 重量% 及び顔料 $1 \sim 30$ 重量% を含有し、該多孔質ポリアミド粒子が着色されていることを特徴とする化粧料。

- (1) 数平均粒子径 $1 \sim 30 \mu\text{m}$ の範囲。
- (2) BET 比表面積 $5000 \text{ m}^2 / \text{kg}$ 以上。
- (3) 平均細孔径が $0.2 \mu\text{m}$ 以下。

【請求項 4】

下記(1)～(3)の特性を有する多孔質ポリアミド粒子 $1 \sim 10$ 重量%、及び無機充填材 $1 \sim 15$ 重量% とを含有し、ファウンデーションに用いることを特徴とする化粧料。

- (1) 数平均粒子径 $1 \sim 30 \mu\text{m}$ の範囲。
- (2) BET 比表面積 $5000 \text{ m}^2 / \text{kg}$ 以上。
- (3) 平均細孔径が $0.2 \mu\text{m}$ 以下。

【請求項 5】

下記(1)～(3)の条件を満足する多孔質ポリアミド粒子 $5 \sim 20$ 重量% 及び薬剤 $0.1 \sim 20$ 重量% とを含有し、治療に用いることを特徴とする化粧料。

- (1) 数平均粒子径 $1 \sim 30 \mu\text{m}$ の範囲。
- (2) BET 比表面積 $5000 \text{ m}^2 / \text{kg}$ 以上。
- (3) 平均細孔径が $0.2 \mu\text{m}$ 以下。

【発明の詳細な説明】**【0001】****【発明の属する技術分野】**

本発明は、特定の粒子径と細孔径を有し、狭い粒子径分布をもち、比表面積の大きなポリアミド多孔質粒子を用いた化粧品に関する。

【0002】**【従来の技術】**

多孔質ポリアミド粒子が化粧品材料としてよく用いられている。ポリアミドは、適度の保湿性や肌に対する親和性が優れることで広く化粧品に用いられている。

特に、表層の角質層の死んだ細胞を除去し、または、皮膚の表層に過剰に存在する脂肪を除去することによって皮膚の深層まで清潔にし、皮膚を引き締め、皮膚を柔軟にし、皮膚に特定の処理を施すようにして、顔、首の一部をケアすることが言われている。それには、略球状の多孔質ポリアミド粒子成分を化粧材料に用いることが開示されている。

【0003】

たとえば、特定の略球状の多孔質ポリアミド粒子を全重量に対して 12 重量% 以上の割合で存在することを特徴とするスキנקレンジングマスク化粧品組成物が開示されている（例えば、特許文献 1 参照）。

【0004】

また、スキンケア組成物又はメイクアップ組成物において、肌の欠点を隠すために特定の繊維径、繊維長および形状係数を有する繊維を使用した化粧品が開示されている（例えば、特許文献 2 参照）。

【0005】

また、組成物中に、特定量の球状ナイロン粉末相を含有させることによって、顔を塗る前に、ソフトで軽やかなクリーム状の化粧品がメモリエント効果のある

感触の粉末仕上げとなることが開示されている（例えば、特許文献3参照）。

【0006】

また、粒状ナイロンを含むことを特徴とする化粧品組成物が開示されている（例えば、特許文献4参照）。

【0007】

また、窒化ホウ素粉末と粉末状ナイロン、あるいは脂肪酸マグネシウム塩とからなることを特徴とする粉末化粧品が開示されている（例えば、特許文献5参照）。

【0008】

また、化粧品および皮膚病用の用途に、等級分けされた長球状多孔質ポリアミド粒子を含有する発泡性デンプン質固体組成物が開示されている（例えば、特許文献6参照）。

【0009】

【特許文献1】

特許2653990号公報

【特許文献2】

特開2001-354546公報

【特許文献3】

特開平4-230207号公報

【特許文献4】

特表2001-510781号公報

【特許文献5】

欧州特許第592107号明細書

【特許文献6】

特表開10-506646号公報

【0010】

【発明が解決しようとする課題】

種々の皮膚の欠陥を修正するのに優れており、且つ肌、皮膚の治療、また、汗、皮質の吸収して化粧効果に持続性があり、さらに適度な保水性がある化粧料、

また色素、顔料、香料などの担持性に優れるといった意匠効果に優れる化粧料の出現が待ち望まれている。

【0011】

本発明は、皮膚の肌理のつや消し、或いは滑らかにし、化粧の際にのびやすく、色素、顔料、香料または薬剤の担持が容易で、除放性をも有することを特徴とする多孔質ポリアミド粒子を含有する化粧料を提供することである。同時に、化粧用材料として肌感の優れた持続性に優れた化粧用組成物を提供することである。

【0012】

【課題を解決するための手段】

本発明の第一は、下記(1)～(3)の特性を有する多孔質ポリアミド粒子を含有することを特徴とする化粧料を提供することである。

- (1) 数平均粒子径 $1 \sim 30 \mu\text{m}$ の範囲。
- (2) BET比表面積 $5000 \text{ m}^2/\text{kg}$ 以上。
- (3) 平均細孔径が $0.2 \mu\text{m}$ 以下。

【0013】

本発明の第二は、多孔質ポリアミド粒子を $0.01 \sim 60$ 重量%含有することを特徴とする化粧料を提供することである。

【0014】

本発明の第三は、下記(1)～(3)の特性を有する多孔質ポリアミド粒子 $1 \sim 60$ 重量%、油溶性媒体 $3 \sim 10$ 重量%及び顔料 $1 \sim 30$ 重量%を含有し、該多孔質ポリアミド粒子が着色されていることを特徴とする化粧料を提供することである。

- (1) 数平均粒子径 $1 \sim 30 \mu\text{m}$ の範囲。
- (2) BET比表面積 $5000 \text{ m}^2/\text{kg}$ 以上。
- (3) 平均細孔径が $0.2 \mu\text{m}$ 以下。

【0015】

本発明の第四は、下記(1)～(3)の特性を有する多孔質ポリアミド粒子 $1 \sim 10$ 重量%、及び無機充填材 $1 \sim 15$ 重量%とを含有し、ファウンデーション

に用いることを特徴とする化粧料を提供することである。

- (1) 数平均粒子径 $1 \sim 30 \mu\text{m}$ の範囲。
- (2) BET 比表面積 $5000 \text{ m}^2 / \text{kg}$ 以上。
- (3) 平均細孔径が $0.2 \mu\text{m}$ 以下。

【0016】

本発明の第五は、下記 (1) ~ (3) の条件を満足する多孔質ポリアミド粒子 $5 \sim 20$ 重量% 及び薬剤 $0.1 \sim 20$ 重量% とを含有し、治療に用いることを特徴とする化粧料を提供することである。

- (1) 数平均粒子径 $1 \sim 30 \mu\text{m}$ の範囲。
- (2) BET 比表面積 $5000 \text{ m}^2 / \text{kg}$ 以上。
- (3) 平均細孔径が $0.2 \mu\text{m}$ 以下。

【0017】

【発明の実施の形態】

本発明は、皮膚の肌理をつや消し、および滑らかな肌面を均一にするためのファンデーションなどの化粧料として、また、色素、顔料および薬剤などを担持又は吸着する化粧料を提供するものである。

本発明は、特定の粒子径で、粒子径分布が狭くて、比表面積の大きな多孔質ポリマー粒子を用いることを特徴とする。

【0018】

本発明は、下記に示す特性を有する多孔質ポリアミド粒子を含む化粧料であり、化粧料の全配合材料組成物 100 重量% に対して、多孔質ポリアミド粒子が好ましくは $0.01 \sim 60$ 重量%、さらに好ましくは $1 \sim 50$ 重量% の範囲を含む化粧料である。多孔質ポリアミド粒子が上記の範囲より少ないと、化粧料において粒子添加の効果が明らかでなく、また多孔質ポリアミド粒子が上記の範囲より大きくなると、肌の感触が悪くなる場合があるために好ましくない。

- (1) 数平均粒子径 $1 \sim 30 \mu\text{m}$ の範囲。
- (2) BET 比表面積 $5000 \text{ m}^2 / \text{kg}$ 以上。
- (3) 平均細孔径が $0.2 \mu\text{m}$ 以下。

【0019】

本発明の化粧料は、化粧料組成物の一成分として多孔質ポリアミド粒子を含むことにより、皮膚、唇、頭皮、睫毛、眼、爪又は髪などの生理的に許容される媒体へ容易に化粧することができる。化粧料組成物としては、ペースト状あるいは粉状とするもの、またエマルジョン液体として肌の塗布しやすいものなどの形態で用いることができる。

【0020】

均一な粒子径の多孔質ポリアミド粒子として、均一な粒子径の多孔質ポリアミド粒子を、好ましくは球状の粒子を化粧料としてに用いることにより、従来に見られぬ化粧時ののびに優れ、肌理の艶出し或いはつや消しが均一で、皮膚の起伏を隠すことができ、さらに多孔質により色素、顔料、薬剤などを適度に担持又は吸着できる。

【0021】

本発明の化粧料は、多孔質ポリアミド粒子1～60重量%及び油溶性媒体3～10重量%と含有していることが好ましい。

【0022】

本発明の化粧料は、着色用化粧料として用いる場合、多孔質ポリアミド粒子1～60重量%、油溶性媒体3～10重量%及び顔料1～30重量%を含有し、該多孔質ポリアミド粒子が着色されていることが好ましい。

多孔質ポリアミド粒子は、赤色、緑色、黄色などの有機着色料により着色されているものを用いることができる。

【0023】

本発明の化粧料は、ファウンデーションに用いる場合、多孔質ポリアミド粒子1～10重量%及び無機充填材1～15重量%とを含有し、好ましくは多孔質ポリアミド粒子2～9重量%及び無機充填材1～15重量%とを含有することが好ましい。多孔質ポリアミド粒子の割合が範囲より大きいと、ファウンデーションとしての感触が劣るために好ましくなく、範囲より小さいと多孔質ポリアミド粒子による肌の修正効果が乏しいから好ましくない。

【0024】

本発明の化粧料は、治療用に用いる場合、多孔質ポリアミド粒子5～20重量

%及び薬剤 0.2～15重量%とを含有し、さらに好ましくは多孔質ポリアミド粒子 5～20重量%及び薬剤 0.1～20重量%とを含有することが好ましい。

【0025】

ファウンデーション用の化粧料は、化粧の下地として肌に直接塗り付け、肌の凹凸を滑らかにし、肌の欠陥やくぼみを隠すためのものであり、また、上塗り化粧材と肌と間にあって、双方に密着性があり、持続性のあるものにする。

【0026】

ファウンデーション用の化粧料は、クリーム状、水溶液、エマルジョン、ジェルなどの形態からなる。

ファウンデーション用の化粧料は、多孔質ポリアミド粒子及び無機充填材を含み、さらに必要に応じて脂肪酸、エマルジョン形成物、シリコンオイル、水溶性ポリマー、顔料、有機添加物などを含むことが出来る。

【0027】

脂肪酸としては、飽和脂肪酸と不飽和脂肪酸およびそれらの誘導体とを用いることが出来、例えば、カプリル酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸など、及びそれらの混合物などを挙げることが出来る。不飽和脂肪酸としては、パルミトール酸、ミリストオレイン酸、オレイン酸など及びそれらの混合物、リノール酸、リノレイン酸、エルカ酸などのポリ不飽和脂肪酸などを挙げることが出来る。脂肪酸の誘導体は、ヒドロキシ化、エステル化されたものを用いることができる。

【0028】

エマルジョン形成物としては、油中水型が好ましい。油相はシリコンオイル、鉱物油、植物油、蜜蝋、油脂、ワックスなどの非シリコン有機油またはそれらの混合物を用いることができる。

シリコンオイルは、揮発性シリコンオイル、不揮発性シリコンオイルなどがある。

【0029】

無機充填材には、チタン、シリカ、タルク、カオリン、マイカ、珪藻土などがある。

水溶性ポリマーは、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ポリアクリルカルボン酸系などがある。

顔料は、酸化鉄系などがある。

有機添加物は、アミノ酸、尿素などの湿潤剤、香料、色素、防腐剤などがある。

【0030】

油溶性媒体としては、パラフィン、ポリエチレンワックス、流動パラフィン、カルナバワックス、植物油、蜜蝋、シリコンオイル、脂肪族アルコールなどがある。

【0031】

本発明の化粧料は、必要に応じて無機顔料、分散剤、香料、防腐剤、酸化防止剤などを適当添加することができる。

本発明の化粧料は、多孔質ポリアミド粒子が多孔質のため薬剤を含浸または担持或いは除放しやすく、治療用薬剤を含浸した化粧料としても用いることができる。

本発明の化粧料を治療用に用いる場合、薬剤効果がでると同時に、治癒効果が持続され、また、汗や肌の分泌物を保持して化粧効果が持続するといった効果に優れるために好ましい。

【0032】

薬剤としては、肌の脱脂、湿潤作用の薬剤、または肌の脱色作用、肌の凹凸修復作用、皮膚の軟化作用、皮膚病の治療及び芳香作用などがある公知の薬剤を用いることが出来る。

【0033】

化粧料は、多孔質ポリアミド粒子の他の成分としては、一般に、グリセリン、エチレングリコール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、1, 3-ブチレングリコール、ソルビトールなどの水溶性媒体、各種脂肪酸、脂肪酸アルコール、蜜蝋などのワックスとそれらの誘導体などの合成油及び油脂、各種の植物油たとえば椿油などの天然油および油脂などといった油性媒体、水性媒体、各種のエマルジョン媒体などを用いることができる。

水性媒体としては、水、エタノールなどの各種アルコールや液体媒体を用いてもよい。また、化粧料は、つや消し効果や艶出し効果、汗取り効果、その他剥離防止効果などとして、タルク、粘土などの無機物粉体、有機粉末、繊維状粉末などが配合されていてもよい。

【0034】

化粧料は、脂肪性肌を処理するための活性剤を含んでもよい。活性剤としては、例えば、 β -ラクタム誘導体、シプロフロキサシン、ノルマルフロキサシン、テトラサイクリン及びその塩、エリスロマイシン及びその塩など、および植物からの抽出物などを含んでもよい。

【0035】

本発明は、多孔質ポリアミド粒子100重量部に対して液体媒体を10～300重量部含むことを特徴とすることが好ましい。液体媒体としては、油性あるいはラテックスのものが望ましく、揮発性あるいは不揮発性シリコンオイル、流動パラフィン、植物性油、ワックス、グリセリン、エチレングリコーなどが好ましい。

【0036】

化粧料は、防腐剤、抗酸化剤、溶剤、香料、充填材、遮蔽剤、殺菌剤、脱臭剤、色素、顔料、保湿剤、薬剤、香料、脱脂成分、保湿成分、分散剤など、その他肌をケアする成分を含んでもいい。

【0037】

化粧料は、化粧した肌を洗浄するクレンジング剤として用いてもよい。

【0038】

多孔質ポリアミド粒子は、球状粒子が好ましく、好ましくは多孔質ポリアミド粒子のうち90重量%以上が球状粒子であり、さらに好ましくは98重量%以上が球状粒子である。多孔質ポリアミド粒子のうち球状粒子が範囲より少ないと、粉体材料としての流動性が劣るなど好ましくないことがある。

【0039】

多孔質ポリアミド粒子は、脂肪族、脂環族及び芳香族のポリアミド、又はこれらの共重合体から製造されるものを用いることが出来、特に脂肪族及び／又は脂

環族ポリアミドが好ましい。たとえば、脂肪族ポリアミドとしては、ポリアミド6、ポリアミド66、ポリアミド8～12の単独重合体およびそれらの共重合体である。好ましくは、ポリアミド6、ポリアミド11、ポリアミド12の単独重合体およびそれらの共重合体などをあげることができる。

【0040】

多孔質ポリアミド粒子の数平均粒子径は、好ましくは $1\sim30\mu\text{m}$ の範囲、さらに好ましくは $2\sim20\mu\text{m}$ の範囲である。多孔質ポリアミド粒子の数平均粒子径が、範囲より小さいと、肌の起伏を隠すのに十分ではなく、また、分散性が劣り、肌理にむらができることがある。また、多孔質ポリアミド粒子の数平均粒子径が、範囲より大きいと、肌理が不均一となり、化粧料として感触が劣るから好ましくない。

【0041】

多孔質ポリアミド粒子の粒子径分布指数(PDI)は、好ましくは $1\sim1.5$ 、より好ましくは $1\sim1.4$ 、さらに好ましくは、 $1\sim1.3$ 、特に好ましくは、 $1.0\sim1.1$ の範囲が好ましい。多孔質ポリアミド粒子の粒子径分布指数(PDI)が範囲より大きい場合、粒子径分布が広くなり、肌の滑らかさや、つやなどが劣るから好ましくなく、また、化粧時にのびが劣るから好ましくない。多孔質ポリアミド粒子の粒子径分布指数(PDI)は、数式(5)に従い算出することができる。

【0042】

多孔質ポリアミド粒子のBET比表面積は、 $5000\text{m}^2/\text{kg}$ 以上、好ましくは $5000\sim50000\text{m}^2/\text{kg}$ である。多孔質ポリアミド粒子のBET比表面積が範囲内では、粒子の表面が色素などの担持量に優れるために好ましい。

【0043】

多孔質ポリアミド粒子は、多孔質粒子のために、水分の保持性に優れ、また汗を吸収しても形状が保持され、化粧効果の持続性に優れる。

【0044】

多孔質ポリアミド粒子の多孔度指数(RI)は、 $5\sim100$ が好ましく、さらに好ましくは $5\sim70$ である。多孔度指数が範囲より小さいと、多孔質の程度が

低すぎて色素、薬成分のなどの担持体としての効果が劣る場合があり、多孔度指数が範囲より大きいと、形状が不安定となるから好ましく、の範囲が、水分の保持性に優れ、また汗を吸収しても形状が保持され、化粧効果の持続性に優れるために好ましい。

ここで多孔度指数 (R I) とは、同じ直径の平滑な球状粒子の比表面積に対し、多孔質球状粒子の比表面積の比で表示したものと定義し、数式 (1) で表すことができる。

【0045】

【数1】

$$R I = S / S_0 \quad (1)$$

ここで、R I : 多孔度指数、

S : 多孔粒子の比表面積 [m^2 / kg]、

S₀ : 同一粒子径の円滑な球状粒子の比表面積 [m^2 / kg] とする。

S₀ は、数式 (2) に従い算出することができる。

【数2】

$$S_0 = 6 / (\rho \times d_{obs}) \quad (2)$$

ここで、S₀ : 円滑な球の比表面積 [m^2 / kg]、

d_{obs} : 観測される数平均球状粒子径 [m]、

ρ : ポリアミドの密度 [kg / m^3] とする。

ポリアミド6及びポリアミド66の密度は、結晶相で $1230 kg / m^3$ 、非晶相で $1100 kg / m^3$ として、ポリアミドの密度 (ρ) を算出できる。

【0046】

多孔質ポリアミド粒子の平均細孔径は、好ましくは $0.01 \sim 0.2 \mu m$ であり、さらに好ましくは $0.02 \sim 0.1 \mu m$ である。多孔質ポリアミド粒子の平均細孔径が、範囲より小さいと、治療のための薬剤などを担持しにくくなる。多孔質ポリアミド粒子の平均細孔径が、範囲より大きいと、触媒の担持力が低くなるから触媒の担持体としては範囲の平均細孔径が好ましい。

【0047】

多孔質ポリアミド粒子は、ポリアミド溶液と、ポリアミドの非溶媒及び適度の水を混合し、一時的に透明な均一溶液を作成し、その後ポリマーを析出することにより得ることができる。

【0048】

ポリアミド溶液は、ポリアミド0.1～30重量%と溶媒99.8～70重量%の合計100重量%、さらに好ましくはポリアミドが0.2～25重量%と溶媒99.8～75重量%の合計100重量%である。

【0049】

ポリアミドの溶媒としては、芳香族アルコールおよび蟻酸等を挙げることができる。ポリアミド溶液に用いられる芳香族アルコールとしては、o-クレゾール、m-クレゾール、p-クレゾール、クロロフェノール、フェノールなど及びそれらの混合物を用いることができる。

【0050】

ポリアミドの非溶媒は、芳香族アルコール及び水が部分的に相容するもの（少量溶解するもの）を用いることができ、一例として脂肪族アルコール、脂肪族ケトンなど及びこれらの混合溶液などを用いることができる。また、ポリアミドの非溶媒は、水と相容することが重要であり、一例としてメタノール、エタノール、プロパノール、イソプロパノール、アセトン、メチルエチルケトンなどの炭素数1～4の脂肪族アルコール、炭素数1～5の脂肪族ケトンなど及びこれらの混合溶液などを用いることができる。

【0051】

多孔質ポリアミド粒子を製造するにあたり、非溶媒と水とは、非溶媒98～10重量%及び水2～90重量%が好ましい。

ポリアミド粒子の製造は、ポリアミド溶液、非溶媒及び水の添加順序は、ポリアミド溶液、非溶媒及び水を混合し、一時的に溶液が透明で均一に保たれば良く、特に添加順序などに制限がなく、どの順序、方法でも良い。

多孔質ポリアミド粒子の製造は、①ポリアミド溶液に、非溶媒を添加し、次に水を加える、②非溶媒と水とを混合し、ポリアミド溶液を加える、③ポリアミド

溶液に水を添加し、非溶媒を加えるなどの方法で製造することができる。

多孔質ポリアミド粒子の製造は、ポリアミド溶液、非溶媒及び水とを混合し、一時的に溶液が透明で均一な溶液を形成させて、時間的な経過を経て、例えば 0.1 秒～120 分程度の時間経過後、ポリマー粒子を析出させる方法により製造することができる。均一な溶液を形成する時間は、たとえば、である。一時的にも、均一な溶液を形成することが重要である。

多孔質ポリアミド粒子の製造において、一時的に溶液が透明で均一な溶液を、早く形成させるために、溶液に適当な攪拌を加えてもよい。

【0052】

多孔質ポリアミド粒子の製造において、ポリアミド溶液、非溶媒及び水とを混合し、一時的に透明で均一な溶液からポリマー粒子を析出させる温度は、5～70℃が好ましい。

【0053】

多孔質ポリアミド粒子の製造において、析出したポリアミド粒子は、溶液からデカンテーション、遠心分離、濾過などの通常の方法で溶液から分離することができ、例えば、ポリアミド粒子の析出した溶液に、さらにメタノールを加え、デカンテーションや遠心分離などの方法で、ポリアミド粒子を分離することができる。また、析出したポリアミド粒子はさらに数回メタノールやアセトンなどで洗浄し、デカンテーションや遠心分離などの方法で分離してもよく、さらに熱風乾燥、真空乾燥にしてもよい。

【0054】

【実施例】

以下、実施例により本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0055】

(数平均粒子径の測定、粒度分布指数の算出)

ポリアミド粒子の粒子形状と大きさは、走査型電子顕微鏡 (SEM) を用いて観察する。球形粒子の粒径は、SEM 写真より測定し、球形と異なる粒子の粒径は、投影面積から相当円の直径を測定する。

数平均粒子径 (D_n) 及び体積平均粒子径 (D_v) は、100個の粒子径より数式 (3) 及び数式 (4) に従い、算出する。粒度分布指数 (PDI) は、数式 (5) に従い算出する。

【0056】

【数3】

$$D_n = \sum_{i=1}^n X_i / n \quad (3)$$

$$D_v = \sum_{i=1}^n X_i^4 / \sum_{i=1}^n X_i^3 \quad (4)$$

$$PDI = D_v / D_n \quad (5)$$

ここで、 X_i : 粒子個々の粒子径、 n : 測定数100、
 D_n : 数平均粒子径、 D_v : 体積平均粒子径、 PDI : 粒度分布指数とする。

【0057】

(比表面積の測定)

ポリアミド粒子の比表面積は、窒素吸着によるBET法3点測定で行う。

【0058】

(平均細孔径)

水銀ポロシメーターで測定する。測定範囲は0.0034～400 μm であり、平均細孔径を求める。

【0059】

(嵩密度の測定)

温度25℃で、試料5gをメスシリンダーに精秤し、その容積から嵩密度を算出する。

【0060】

(化粧品の評価・判定)

モニターテスト：健康な成人女性50名を被験者とし、各化粧料を施して、その感触を調べた。

評価基準：◎、非常に優れている、○：わずかに優れている、△：効果が見られない。

【0061】

参考例 1 (多孔質ポリアミド粒子の製造)

ポリアミド 6 (分子量 13,000) 10 g と m-クレゾール 200 g からなるナイロン溶液を作製した。ナイロン溶液 100 g、メタノール 5000 g 及び水 100 g とをマグネチックスターラーで攪拌混合して 1 分攪拌後、溶液は均一になった。攪拌 2 分後にポリマーが析出してきた。混合溶液を 24 時間静置して、ポリマーの析出を終了させた。得られた析出ポリマーは、メタノール、アセトンで洗浄し、その後遠心分離によりポリマーを単離した。

得られた析出ポリマー粒子の評価を行い、数平均粒子径は、 $7.81 \mu\text{m}$ であり、体積平均粒子径は $8.44 \mu\text{m}$ であり、比較的均一な球形粒子であった。粒子径分布指数 (PDI) は 1.08 と算出した。得られた粒子の比表面積は、 $10800 \text{ m}^2/\text{kg}$ であり、多孔度指数 (RI) は、16.6 と算出し、平均細孔径は $0.04 \mu\text{m}$ 、ポリマー粒子のかさ密度は、 $0.25 \text{ g}/\text{cm}^3$ であった。

【0062】

参考例 2 (多孔質ポリアミド粒子の製造)

ラウロラクタム 50 g を流動パラフィン 130 ml、さらに分散助剤として、ステアリン酸ソーダ 1 g を添加し、温度 160°C まで加熱し、ナトリウム 230 mg、アセチルカプロラクタムを 0.98 ml 添加し、2 時間重合した。濾過後沸騰キシレンで洗浄し、その後真空乾燥した。得られたポリアミド 12 粒子の特性は、平均粒子径 $4.8 \mu\text{m}$ 、粒子径分布指数 1.5、BET 比表面積 $1200 \text{ m}^2/\text{kg}$ 、多孔度指数 (RI) 1.1 で、細孔径は検出できなかった。

【0063】

実施例 1 (ファンデーション化粧料)

下記の成分組成 A～G を調製し、参考例 1 で得られた多孔質ポリアミド粒子を用いて、均一に混ぜ合わせて、ファンデーションのクリームを調製した。化粧時ののび、感触性、小しわに対する改善効果などを評価した。

A相：シクロメチコーン（22重量%）、セチルジメチコーン（0.2重量%）

、

B相：マイカ（0.1重量%）、シリカ（1重量%）、チタン（7.5重量%）

、酸化亜鉛（3重量%）、

C相：酸化鉄顔料（黒色）（0.17重量%）、酸化鉄顔料（赤色）（0.52重量%）、酸化鉄顔料（黄色）（1.82重量%）、

D相：トリヒドロキシステアリン（0.3重量%）、シクロメチコーン（1重量%）、

E相：プロピルパラベン（0.75重量%）、

F相：多孔質ポリアミド粒子（5.0重量%）、

G相：グリセリン（8重量%）、ポリビニルピロリドン（0.5重量%）、塩化ナトリウム（2.0重量%）、デヒドロ酢酸ナトリウム（0.3重量%）、フェノキシエタノール（0.25重量%）、EDTA4ナトリウム（0.1重量%）

、

水を加えて100重量%とする。

【0064】

比較例1

実施例1の配合のうち、チタン12.5重量%とし、多孔質ポリアミド粒子を加えなかった配合としたほかは、実施例1と同様にした。評価結果を表1に示す。

【0065】

比較例2

実施例1の配合のうち、参考例2で得られた多孔質ポリアミド粒子を配合としたほかは、実施例1と同様にした。評価結果を表1に示す。

【0066】

【表1】

	小しわ改善	のび性	感触性
実施例1	◎	◎	◎
比較例1	△	△	△
比較例2	△	○	△

【0067】

参考例 3：着色粉体 (1)

参考例 1 で得られた多孔質ポリアミド粒子粉体 40 g を赤色 106 号 1 g とベンジルアルコール 5 g と N-メチル-2-ピロリドン 10 g と水 84 g を混合して調製した水溶液中に浸漬して 50℃ に加熱する。20 分後染まった粉体を濾過、洗浄して 40℃、24 時間乾燥した。得られた粉体 96 g に対してシリコンオイル (東レ製 SH1107C) 300 g に溶かした溶液に添加し、攪拌後、乾燥し、着色粉体 1 を得た。

【0068】

参考例 4：着色粉体 (2)

多孔質ポリアミド粒子として参考例 2 で製造したポリアミド粒子を用いたほかは、参考例 3 と同様にして着色粉末 2 を得た。

【0069】

参考例 5：着色粉体 (3)

参考例 1 で得られた多孔質多孔質ポリアミド粒子 20 g を、緑色 204 号 2 g と硫酸 0.1 g と水 97.9 g を混合して調製した水溶液中に浸漬して 80℃ に加熱する。40 分後に染色された粉体を濾過洗浄して、乾燥する。

得られた粉体 96 g に対して、シリコンオイル 4 g をジクロロメタン 300 g を溶かした溶液に添加し攪拌後乾燥し、150℃ 真空乾燥後着色粉体 3 を得た。

【0070】

参考例 6：着色粉体 4

多孔質ポリアミド粒子として参考例 2 で製造したポリアミド粒子を用いたほかは、参考例 5 と同様にして着色粉末 4 を得た。

【0071】

実施例 2 (リップクリーム)

(1) パラフィン：15.0 重量%、(2) キャンデリラワックス：3.0 重量%、(3) カルナウバワックス：2.0 重量%、(4) メチルフェニルポリシロキサン：40.0 重量%、(5) 流動パラフィン：29.8 重量%、(6) 香料：0.2 重量%、(7) 酸化防止剤：適量、(8) 着色粉体 1：10.0 重量

%を用い、(1)～(7)を80～85℃にて溶解混合した後、(8)の着色粉体1を混合し、所定の容器に流し込み、冷却固化して、リップクリームを得た。リップクリームの感触、色つや、意匠性の評価結果を表2に示す。

【0072】

比較例3

着色粉体1の代わりに、着色粉体2を用いるほかは実施例2と同様にしてリップクリームを得た。評価結果を表2に示す。

【0073】

実施例3 (アイシャドウ)

(1)タルク:10.0重量%、(2)カオリン:6.0重量%、(3)炭酸マグネシウム:1.0重量%、(4)ステアリン酸亜鉛:5.0重量%、(5)酸化チタン:2.0重量%、(6)酸化チタン被覆雲母:20.0重量%、(7)着色粉体3:50.0重量%、(8)ソルビタンセスキオレエート:1.0重量%、(9)流動パラフィン:5.0重量%、(10)香料:適量、(11)防腐剤:適量を用い、

(1)～(7)を均一混合し、さらに(8)～(11)を添加混合してアイシャドウを得。感触、色つや、意匠性の評価結果を表2に示す。

【0074】

比較例4

着色粉体3を着色粉体5に代えたほかは実施例3と同様な配合にしてアイシャドウを得、感触、色つや、意匠性の評価結果を表2に示す。

【0075】

【表2】

	感触性	のび性	意匠性
実施例2	◎	◎	◎
比較例3	△	○	△
比較例4	△	○	△
実施例3	◎	◎	◎
比較例4	△	△	△

【0076】

実施例4 (治療用化粧品)

皮膚軟化剤として、イソヘキサデカンを10%担持した参考例1で得られた多孔質ポリアミド粒子を添加したクリームを調製した。治癒効果、のび、皮膚感触性の評価結果を表3に示す。

【0077】

比較例5

実施例4で用いた多孔質ポリアミド粒子に代えて、参考例2で得られた多孔質ポリアミド粒子を用いた他は実施例4と同様にしてクリームを調製した。評価結果を表3に示す。

【0078】

【表3】

	感触性	のび性	治癒効果
実施例4	◎	◎	◎
比較例5	△	○	△

【0079】

【発明の効果】

本発明は粒子径の均一な、特定の多孔度、細孔径を有する多孔質球状ポリアミド粒子を化粧品に用いることにより、皮膚感触に優れ、化粧時ののびが優れ、着色料、薬剤などの担持性に優れると共に意匠性に優れた化粧本来の目的を損なわない化粧料を提供できる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 本発明は、皮膚の肌理のつや消し、或いは滑らかにし、化粧の際にのびやすく、色素、顔料、香料または薬剤の担持が容易で、除放性をも有することを特徴とする多孔質ポリアミド粒子を含有する化粧料を提供することである。同時に、化粧用材料として肌感の優れた持続性に優れた化粧用組成物を提供することである。

【解決手段】 下記（１）～（３）の特性を有する多孔質ポリアミド粒子を含有することを特徴とする化粧料を提供すること。

- （１）数平均粒子径 $1 \sim 30 \mu\text{m}$ の範囲。
- （２）BET比表面積 $5000 \text{ m}^2 / \text{kg}$ 以上。
- （３）平均細孔径が $0.2 \mu\text{m}$ 以下。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2002-331177
受付番号	50201724248
書類名	特許願
担当官	第五担当上席 0094
作成日	平成14年11月15日

< 認定情報・付加情報 >

【提出日】	平成14年11月14日
-------	-------------

特願 2 0 0 2 - 3 3 1 1 7 7

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 0 0 0 2 0 6]

1. 変更年月日

2 0 0 1 年 1 月 4 日

[変更理由]

住所変更

住 所

山口県宇部市大字小串 1 9 7 8 番地の 9 6

氏 名

宇部興産株式会社